Aula

8

CARACTERIZAÇÃO DE COMPLEXOS DE NÍQUEL, COBRE E COBALTO

META

Apresentar metodos de carcaterização de compostos de coordenação.
Analisar algumas características dos compostos de coordenação preparados.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:
Identificar o produto da complexação dos metais níquel, cobre e cobalto com o ligante amin (NH_3); correlacionar os conteúdos teóricos vistos nas aulas anteriores com a prática.

PRÉ-REQUISITO

Conhecimentos básicos sobre compostos de coordenação.
Noções básicas de operações e procedimentos em laboratório de Química.
Teoria do campo cristalino.

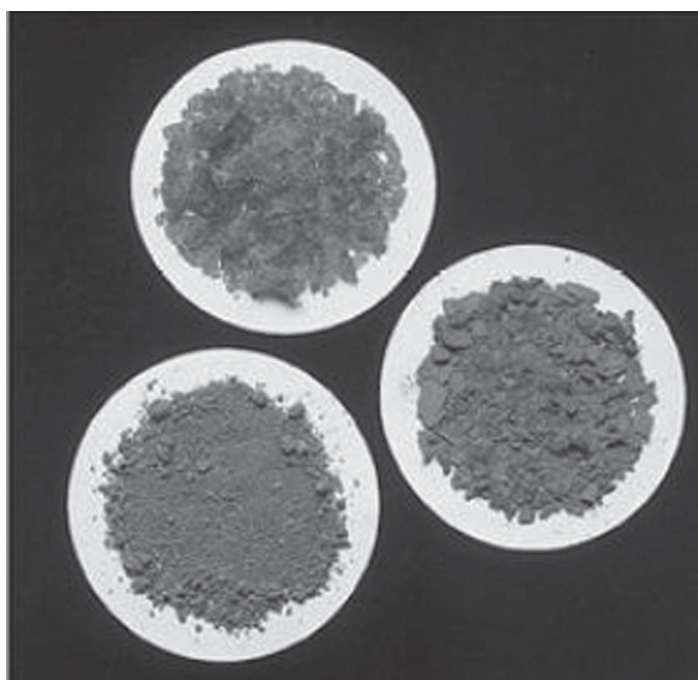



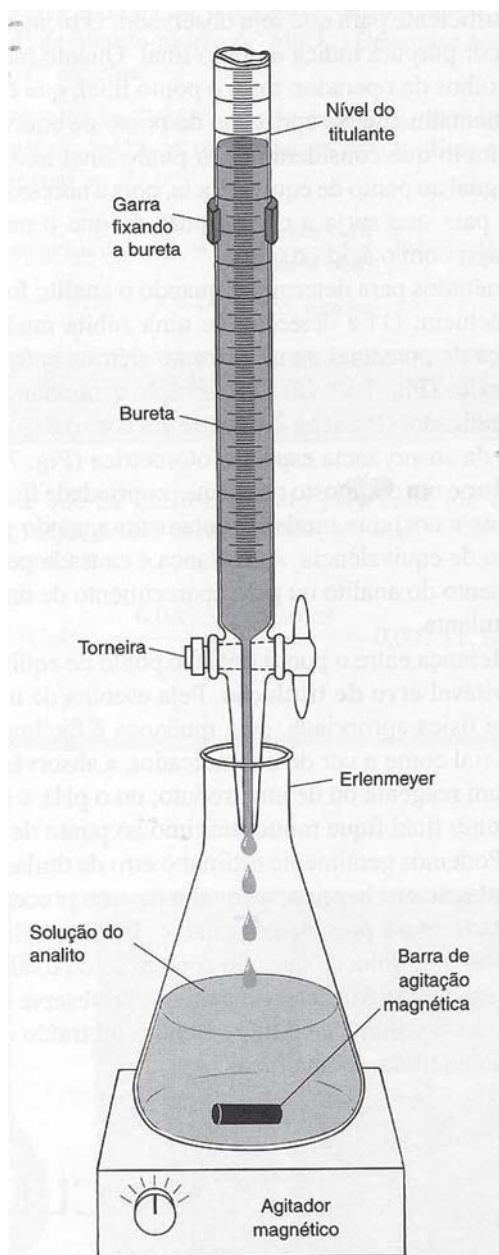
Ilustração de compostos de coordenação sintetizados e secos.

INTRODUÇÃO

Ao longo desta aula serão discutidos alguns métodos e técnicas frequentemente utilizados na caracterização de compostos de coordenação.

Os compostos de coordenação que serão caracterizados são os complexos preparados na aula 05 (síntese de compostos de coordenação de níquel, cobre e cobalto). Com isto pretende-se que seja possível a identificação do produto da complexação dos íons níquel (II), cobre (II) e cobalto (II) com o ligante amim (NH_3). Neste caso, o objetivo central da aula é de fazer uma correlação direta da prática com os conteúdos teóricos vistos nas aulas anteriores.

Ao final da aula você deverá ter assimilado algumas técnicas comuns de laboratório para a identificação e caracterização dos complexos sintetizados.

O estudo das propriedades espectroscópicas de complexos contendo íons de elementos de transição tem sido largamente investigado na literatura devido às diversas possibilidades de aplicações.

Montagem típica para uma titulação (Harris, 2005).
D. C. Harris. Análise Química Quantitativa. 6ª ed. LTC: Rio de Janeiro, 2005.

INTRODUÇÃO TEÓRICA

A Análise Qualitativa tradicional aplicada na identificação e caracterização de compostos inorgânicos foi muito usada tempos atrás nos laboratórios de química e mesmo nas indústrias.

Ainda hoje é de muita utilidade, principalmente, para os alunos de química. Sua aplicação leva ao conhecimento e manuseio de um grande número de substâncias, à realização de numerosas reações químicas: o entendimento do processo implica no conhecimento de conceitos como solubilidade, acidez e basicidade de substâncias, estabilidade de complexos, etc.. No entanto, a evolução da técnica e a necessidade de grande número de análises em curto espaço de tempo, forçou a introdução nos centros de pesquisa e em grandes indústrias de outros processos e de aparelhagem de grande eficiência entre muitos destes podemos citar alguns frequentemente utilizados na caracterização de compostos de coordenação:

- Espectroscopia: visível (VIS); ultravioleta (UV); infravermelho (IV); de emissão atômica; de absorção atômica; de raios X, etc.;
- Métodos térmicos: análise termogravimétrica (TG); análise termogravimétrica diferencial (DTA);
- Ressonância magnética nuclear (RMN);
- Métodos eletroanalíticos: potenciometria; polarografia; coulometria; voltametria, etc.

A seguir apresentaremos uma ligeira discussão sobre alguns destas técnicas.

a) Espectroscopia nas regiões do visível e do ultravioleta:

Os elétrons nos átomos e moléculas estão distribuídos em níveis de energia. No estado fundamental são ocupados os níveis de energias mais baixos possíveis. Estes elétrons podem sofrer excitação para níveis de energia mais elevados por meio de aquecimento de átomos na chama de um bico de gás, por exemplo.

As radiações nas regiões do visível ou do ultravioleta incidindo sobre átomos ou moléculas podem ser absorvida, provocando a promoção dos elétrons de um estado de energia mais baixo para outros de maior energia. Os níveis de energia dos elétrons, nos átomos e moléculas, são quantizados e portanto, também a energia absorvida, isto é, apenas certos valores de energia radiante, característicos para cada átomo ou molécula, são capazes de provocar transições eletrônicas.

A energia (E), o comprimento de onda (ë) e a freqüência (í) da radiação são relacionados pela equação:

$$E = h\nu = hc/\lambda$$

= hc/l

onde h é a constante de Plank (6,626 x 10^{-34} J.s) e c é a velocidade da luz no vácuo (2,998 x 10^{8} m s^{-1}).

Pode-se concluir, então, que para um dado átomo ou uma dada molécula, apenas certos comprimentos de onda podem ser absorvidos provocando a excitação dos elétrons.

Os espectrofotômetros visível e ultravioleta são aparelhos que medem a quantidade de luz absorvida por uma amostra do composto em estudo para cada comprimento de onda. O resultado é registrado. Deste modo obtém-se um gráfico de absorção versus comprimento de onda que é o espectro na região do visível (ou do ultravioleta) da amostra.

A maioria das aplicações da espectroscopia nas regiões do visível ou do ultravioleta é para fins quantitativos: na determinação da concentração de dada substância, em medidas de velocidade de reação, etc. Contudo, a interpretação dos espectros visível de substâncias inorgânicas coloridas (a aplicação para substâncias orgânicas coloridas é mais limitada) fornece informações muito úteis sobre a estrutura destas substâncias. Já o estudo dos espectros na região do ultravioleta são mais usados na elucidação estrutural de compostos orgânicos.

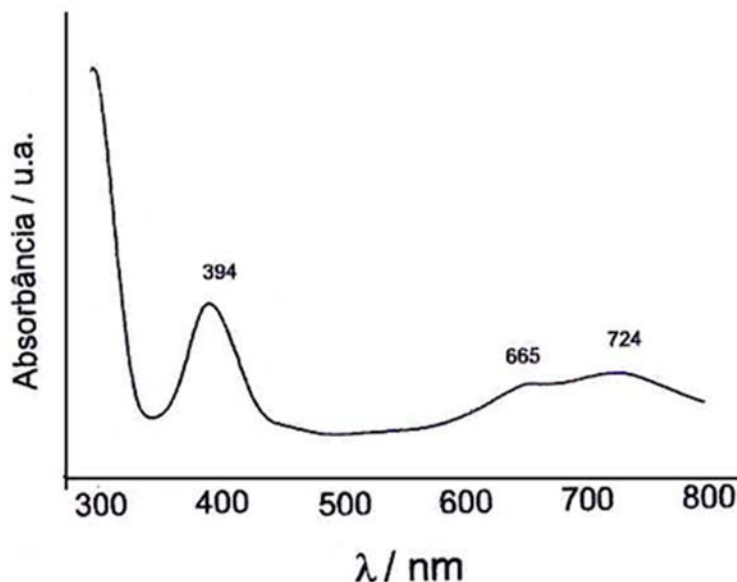



Figura 1. Espectro de absorção do complexo $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$.

A seguir (Figura 1) é mostrado o espectros na região do visível do íon complexo $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$, no qual se vê também a absorção no infravermelho muito próximo:

O espectro do íon $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ tem duas bandas fortes de absorção na região do visível e um mínimo de absorção na região do verde (~500 nm), por isto as soluções aquosas dos sais de Ni^{2+}, que contém o íon

complexo $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ são verdes. O aparecimento de três bandas de absorção (uma delas no infravermelho próximo) é característico de complexos octaédricos, o que indica ser esta a estrutura do $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$.

A dissolução do cobalto, ou de seu hidróxido ou carbonato, em ácidos diluídos resulta o íon aquoso de cor rosada, $[Co(H_2O)_6]^{2+}$.

As soluções de sais de cobre são azuis. Essa cor resulta da absorção da luz amarela e vermelha e, consequentemente, transmissão preferencial de luz azul pelo íon cobre.

b) Análise termogravimétrica

A análise termogravimétrica (**TG)** é uma técnica através da qual se pode determinar as massas (ou as suas variações) de uma amostra, durante um período de tempo, enquanto se varia a sua temperatura (geralmente aumentando a uma velocidade constante).

Datam de muitos anos as tentativas para se chegar ao conhecimento detalhado das alterações que o aquecimento pode provocar na massa das substâncias, a fim de se estabelecer a faixa de temperatura em que elas adquirem composição química definida ou as temperaturas em que começam a se decompor, bem como para se estudar reações de desidrataação, oxidação (combustão), decomposição, ou outros processos que sejam afetados pela temperatura ou pelo calor.

Esta técnica, inicialmente muito demorada e trabalhosa, foi utilizada pela primeira vez por P. Tuchot, em 1907, no levantamento das curvas de termodecomposição de piritas.

A primeira termobalança foi descrita pelo pesquisador japonês Kotara Honda, em 1915. Este pesquisador foi, também, criador da palavra termobalança e o instrumento idealizado e construído por ele, foi empregado para estudar as curvas de termodecomposição do sulfato de manganês II tetraidratado ($MnSO_4.4H_2O$), do gesso ($CaSO_4.2H_20$) e do anidrido crômico (CrO_3).

Os equipamentos modernos de termogravimetria permitem a realização de pesagens continuas de uma amostra em função da temperatura, ou seja, a medida em que a amostra é aquecida (caso mais comum) ou resfriada.

As curvas de variação de massa (freqüentemente perda de massa ou, mais raramente, ganho de massa) em função da temperatura, obtidas nos experimentos de termogravimetria, permitem se tirar conclusões sobre a estabilidade térmica das amostras, sobre a composição e sobre a estabilidade térmica de compostos intermediários, bem como sobre a composição dos resíduos.

As termobalanças são constituídas dos seguintes componentes fundamentais: balança registradora, forno, suporte para as amostras e sensor de temperatura, programador de aquecimento do forno, sistema registra-

dor e controle da atmosfera do forno. A temperatura do forno e/ou da amostra são determinadas por meio de um par termoelétrico.

Os fatores que podem influenciar o aspecto das curvas de TG de uma amostra pertencem a dois grandes grupos:

- Fatores instrumentais - velocidade de aquecimento do forno, velocidade do resgistrador, atmosfera do forno e geometria do suporte da amostra e do forno.
- Fatores dependentes da característica da amostra - quantidade da amostra, solubilidade dos gases liberados na própria amostra, tamanho das partículas, calor da reação, compactação da amostra e condutividade térmica da amostra.

Como exemplo, na Tabela 1 apresentada a seguir, são mostrados dados relativos à curvas termogravimétricas do oxalato de cálcio e do oxalato de magnésio.

Composto	Temperatura (°C)	Composto	Temperatura (°C)
$CaC_2O_4.H_2O$	Até de 100	$MgC_2O_4.2H_2O$	Até de 176
CaC_2O_4	226 – 398	MgC_2O_4	233 – 397
$CaCO_3$	420 – 660	MgO	Acima de 480
CaO	Acima de 840		

Tabela 1. Faixas de temperatura de decomposição do oxalato de cálcio monohidratado.

Os dados apresentados, mostram que a 500 °C, o carbonato de cálcio e o óxido de magnésio são estáveis enquanto a 900 °C os dois metais existem como óxidos simples. A comparação entre as massas de um precipitado misto de oxalato de cálcio e magnésio e a massas nessas duas temperaturas possibilita se calcular o conteúdo de cálcio e magnésio da amostra original.

A Figura 2 mostra a curva termogravimétrica de decomposição do complexo $[Ni(NH_3)_6]Cl_2$ preparado.

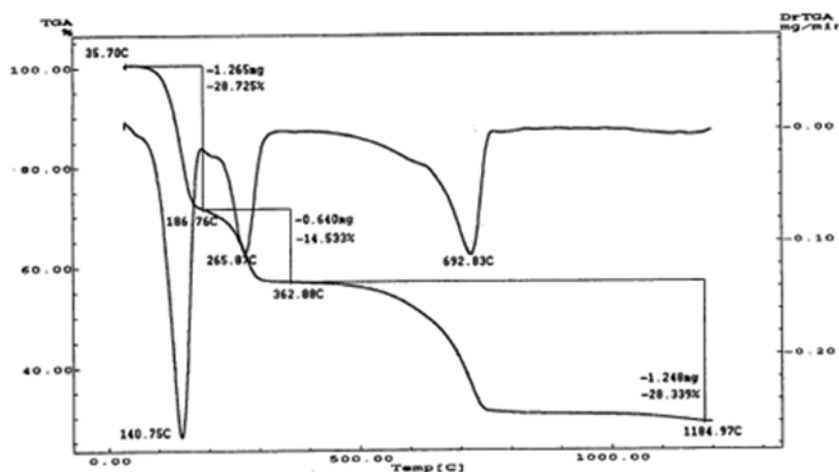



Figura 2. Curvas TG/DTG do complexo $[Ni(NH_3)_6]Cl_2$ sob atmosfera de ar com razão e aquecimento de 10 °C/min.

O cloreto de hexaaminoníquel(II), $[Ni(NH_3)_6]Cl_2$, é um sólido (cristais de cor azulvioleta) solúvel em água e em solução aquosa de amônia, mas insolúvel em amônia concentrada, álcool etílico e éter. Este complexo decompõe-se pelo aquecimento liberando $NH_3(g)$, transformando-se em um sólido de cor verde. O mesmo acontece com sua solução aquosa, que muda de azul-violeta para verde com o aquecimento.

A curva mostra três regiões de perda de massa as quais estão relacionadas com a decomposição dos cloretos e das moléculas de amônia.

A Figura 3 mostra a curva termogravimétrica de decomposição do complexo e $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$. A curva mostra duas regiões de perda de massa as quais estão relacionadas com a decomposição das moléculas de amônia e do cloreto.

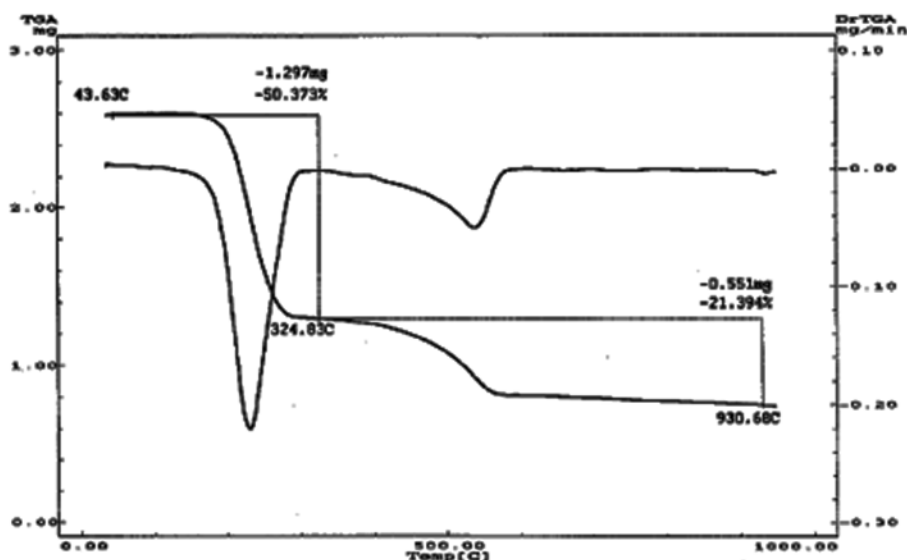



Figura 3. Curvas TG/DTG do complexo $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$ sob atmosfera de ar com razão e aquecimento de 10 ºC/min.

PARTE EXPERIMENTAL

Para desenvolvimento desta aula serão necessários alguns materiais, reagentes, vidrarias e similares. Antes de iniciar a prática separe todos os materiais que serão utilizados. Procure estudar previamente a prática e pesquisar sobre as reações que serão executadas.

Para um maior nível de confiança nos testes que serão executados, realize todos os procedimentos em triplicata.

Caracterização do composto $[Ni(NH_3)_6]Cl_2$ preparado:

Materiais

Tubos de ensaio; estante para tubos de ensaios; balão volumétrico de 25 e 50 mL; conta-gotas; bastão de vidro; balança; espátula; vidro de

relógio; pisseta; banho-maria; bico de gás; tela de amianto; tripé; erlenmeyer de 125 mL; bureta de 25 mL; cubeta; espectrofotômetro;

Reagentes e indicadores

$[Ni(NH_3)_6]Cl_2$ preparado; papel tornassol vermelho; solução alcoólica de dimetilglioxima; solução 3 mol/L de HNO_3 ; solução de NH_4OH concentrado; solução 0,1 mol/L de $AgNO_3$; papel tornassol azul; NH_3 concentrado (25-28 % em massa ou 15 mol/L); murexida com cloreto de sódio (1:10); solução 1 mol/L de NH_4Cl; solução padrão de EDTA 0,0100 mol/L; água destilada; clorofórmio PA; metanol PA; éter etílico PA; etanol PA; benzeno PA; acetona PA; ciclohexano PA; acetato de etila PA; hexano PA.

Procedimento

Preparar uma solução (ou suspensão) aquosa do complexo para caracterizar os componentes do produto obtido e fazer, em tubos de ensaio, as reações indicadas a seguir.

Caracterização do Ni^{2+}(aq)

a) Aquecer cuidadosamente 10 gotas da solução estoque do composto, esfriar e verificar se o meio está básico, com papel tornassol vermelho;
b) Adicionar 3 gotas de solução alcoólica de dimetilglioxima. Observar e anotar o resultado;
c) Adicionar gotas de solução 3 mol/L de HNO_3 à solução anterior até observar o desaparecimento do precipitado rosa;
d) Adicionar solução de NH_4OH concentrado e observar.

Caracterização do Cl^-(aq)

a) Colocar 5 gotas da solução estoque do composto em um tubo de ensaio e adicionar 3 gotas de solução 0,10 mol/L de $AgNO_3$. Observar e anotar o resultado;
b) Centrifugar, desprezar o sobrenadante e adicionar ao resíduo 10 gotas de NH_3 concentrado. Observar e anotar o resultado;
c) Acidular a solução do item anterior com solução 3 mol/L de HNO_3, verificando a acidez com papel tornassol azul. Observar e anotar o resultado.

Caracterização do NH_3 no complexo

Pode ser feita pelos seguintes processos:

a) Colocar 5 gotas da solução estoque do composto em um tubo de ensaio e aquecer cuidadosamente em banho-maria;
b) Aproximar à boca do tubo de ensaio uma tira de papel tornassol vermelho umedecida com água destilada. Observar e anotar o resultado;
c) Colocar um pouco do sólido em outro tubo de ensaio e aquecer diretamente na chama do bico de gás.
d) Aproximar à boca do tubo de ensaio uma tira de papel tornassol vermelho umedecida com água destilada. Observar e anotar o resultado;
Observação: guardar o composto obtido em frascos preparados especialmente para isto.

Determinação quantitativa do teor de Ni^{2+} no complexo

a) Pesar em uma balança analítica aproximadamente 30 mg do complexo, diretamente em um erlenmeyer de 125 mL;
b) Acrescentar 5 mL de HNO_3 (concentrado) e agitar;
c) Deixar a solução sobre uma placa aquecedora até próximo a secagem da mesma;
d) Acrescentar 20 mL de água destilada;
e) Adicionar aproximadamente 5 mg da mistura de murexida com cloreto de sódio (1:10); Agitar a solução;
f) Adicionar então 5 mL da solução 1 mol/L de NH_4Cl e 2 gotas de uma solução concentrada de amônia. O pH deve estar em cerca de 7, indicado pela cor amarela da solução;
g) Tornar, então, a solução fortemente alcalina por adição de 10 mL de uma solução concentrada de amônia e a titulação até que a cor mude do amarelo para o violeta;
h) Titular com uma solução padrão de EDTA 0,0100 mol/L até aproximar-se o ponto final;
i) O pH da solução final deverá ser 10; em valores mais baixos, desenvolve-se uma cor alaranjada e deve-se adicionar mais amônia até que a cor fique amarela.
OBS.: 1 mol de EDTA = 1 mol de Ni^{2+}.

Determinação do espectro de absorção do complexo de níquel preparado e cálculo do valor do 10 Dq

a) Para determinação do espectro de absorção do complexo primeiro é necessário preparar uma solução 0,01 mol L^{-1} do complexo sintetizado;
b) Ligue o espectrofotômetro e com o auxilio de um técnico realize todos os procedimentos necessários para utilização do equipamento;
c) Antes de fazer a leitura no espectrofotômetro, zere o instrumento com o branco usando para isto uma cubeta apropriada;

d) Determinar as absorbâncias da solução do complexo preparado, no intervalo de 300 a 800 nm, variando o comprimento de onda de 50 em 50 nm;
e) Fazer o espectro de absorção (A x λ em nm);
f) Determinar o comprimento de onda máximo;
g) Calcular a energia de estabilização do campo cristalino e 10 Dq.

Determinação da solubilidade do composto preparado

Fazer o teste de solubilidade a frio dos compostos sintetizados, utilizando os seguintes solventes:

01 - água destilada	06 - clorofórmio PA
02 - metanol PA	07 - éter etílico PA
03 - etanol PA	08 - benzeno PA
04 - acetona PA	09 - ciclohexano PA
05 -acetato de etila PA	10 - hexano PA

Em um tubo de ensaio coloque uma pequena (bem pequena) quantidade do composto, adicione água destilada e verifique se o mesmo é solúvel, pouco solúvel ou insolúvel na água fria. Repetir o mesmo procedimento para os demais solventes.

Caracterização do composto $[Cu(NH_3)_4]SO_4.H_2O$ preparado.

Materiais

Balança; espátula; vidro de relógio; pisseta; provetas de 10 e de 50 mL; erlenmeyer de 250 mL; bureta de 25 mL; tubos de ensaio; estante para tubos de ensaios; conta-gotas; bastão de vidro;

Reagentes e indicadores

$[Cu(NH_3)_4]SO_4.H_2O$ preparado; solução do indicador mertil-orange; solução 0,2 mol/L de HCl ; solução de KI a 20 %; ácido acético; solução 0,1 mol/L de tiossulfato de sódio; solução de amido recém preparada; KSCN; água destilada; clorofórmio PA; metanol PA; éter etílico PA; etanol PA; benzeno PA; acetona PA; ciclohexano PA; acetato de etila PA; hexano PA.

Procedimento

· **Caracterização do NH_3 no complexo:**

a) pese 0,200 g do complexo;

b) dissolva o complexo pesado em 50 mL de água destilada num erlenmeyer de 250 mL;
c) adicione 3 gotas de indicador mertil-orange e titule com solução 0,2 mol/L de HCl padronizado.

· **Determinação quantitativa do teor de Cu^{2+} no complexo:**

a) Pese 0,100g do complexo;
b) Dissolver em 50 ml de água e adicionar 10 ml de solução de KI a 20 %;
c) Adicionar 6 a 8 gotas de ácido acético, para acelerar a reação;
d) Lavar a bureta com a solução de tiossulfato de sódio 0,1 Molar e enche-la;
e) Titular a solução até obter uma coloração amarelo-claro e adicionar, então, a solução de amido recém preparada, que acarreta à solução uma coloração azul;
f) Quando a solução ficar totalmente branca, acrescente 1,0 g de KSCN. Se a cor não se alterar, chega-se ao final da titulação.
g) Caso a solução volte a ficar azul, continue a titulação repetindo-se a operação de adição de KSCN.

· **Estudo da curva termogravimétrica do complexo:**

a) Pegar uma pequena amostra (cerca de 1 mg) do complexo produzido no experimento da aula 5 e obter a curva TG, usando um analisador termogravimétrico;
b) Analisar e discutir todos os detalhes que possam ser vistos durante o experimento ou que estejam presentes na curva TG.

· **Determinação da solubilidade do composto preparado:**

Fazer o teste de solubilidade a frio dos compostos sintetizados, utilizando os seguintes solventes:

01 - água destilada | 06 - clorofórmio PA
02 - metanol PA | 07 - éter etílico PA
03 - etanol PA | 08 - benzeno PA
04 - acetona PA | 09 - ciclohexano PA
05 -acetato de etila PA | 10 - hexano PA

Em um tubo de ensaio coloque uma pequena (bem pequena) quantidade do composto, adicione água destilada e verifique se o mesmo é solúvel, pouco solúvel ou insolúvel na água fria. Repetir o mesmo procedimento para os demais solventes.

Caracterização do composto $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ preparado

Materiais

Béquer de 50 e 100 mL; bastão de vidro; balão volumétrico de 25 e 50 mL; tubos de ensaio; estante para tubos de ensaios; balança; espátula; vidro de relógio; pisseta; cubeta; espectrofotômetro; condutivimétro.

Reagentes e indicadores:

$[Co(NH_3)_6]Cl_3$ preparado; solução padrão de KCl para medidas de condutividade; álcool etílico; água destilada; clorofórmio PA; metanol PA; éter etílico PA; etanol PA; benzeno PA; acetona PA; ciclohexano PA; acetato de etila PA; hexano PA.

Procedimento

Identificação da cor do complexo preparado

a) Identifique a cor do complexo de cobalto preparado e compare com dados na literatura para já fazer ma prévia identificação de qual foi o complexo obtido;

Determinação da condutividade do complexo de cobalto preparado

a) Antes de iniciar as medidas é necessário calibrar o condutivímetro com a solução padrão de (KCl);
b) Verifique se o aparelho está medindo em medindo em *mS* ou *mS*;
c) Medir a condutividade da água antes de começar as medidas;
d) Preparar uma solução 0,01 mol/L do complexo sintetizado;
e) Medir a condutividade da solução do complexo e comparar com os valores tabelados para inferir sobre a fórmula do complexo:

Fórmula Empírica	Condutância Molar	Número de íons	Fórmula de Werner
$CoCl_3.6NH_3$	431,6	4	$[Co(NH_3)_6]Cl_3$
$CoCl_3.5NH_3$	261,3	3	$[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$

Determinação do espectro de absorção do complexo de cobalto preparado e cálculo do valor do 10 Dq

a) Para determinação do espectro de absorção do complexo primeiro é necessário preparar uma solução 0,05 mol L^{-1} do complexo sintetizado;
b) Ligue o espectrofotômetro e com o auxilio de um técnico realize todos os procedimentos necessários para utilização do equipamento;
c) Antes de fazer a leitura no espectrofotômetro, zere o instrumento com o branco usando para isto uma cubeta apropriada;

d) Determinar as absorbâncias da solução do complexo preparado, no intervalo de 300 a 800 nm, variando o comprimento de onda de 50 em 50 nm;
e) Fazer o espectro de absorção (A x l em nm);
f) Determinar o comprimento de onda máximo;
g) Calcular a energia de estabilização do campo cristalino;

Determinação da solubilidade do composto preparado

Fazer o teste de solubilidade a frio dos compostos sintetizados, utilizando os seguintes solventes:

01 - água destilada	06 - clorofórmio PA
02 - metanol PA	07 - éter etílico PA
03 - etanol PA	08 - benzeno PA
04 - acetona PA	09 - ciclohexano PA
05 -acetato de etila PA	10 - hexano PA

Em um tubo de ensaio coloque uma pequena (bem pequena) quantidade do composto, adicione água destilada e verifique se o mesmo é solúvel, pouco solúvel ou insolúvel na água fria. Repetir o mesmo procedimento para os demais solventes

CONCLUSÃO

Nesta aula foi realizada a caracterização de complexos de níquel (II), cobre (II) e cobalto (III) através as técnicas de espectroscopia nas regiões do visível e do ultravioleta e análise termogravimétrica. As metodologias e técnicas propostas na aula prática exemplificam formas de caracterizar diferentes compostos de coordenação. Como principais etapas para caracterização do complexo preparado nesta aula podemos destacar:
- Determinação quantitativa do teor de Ni^{2+} no complexo de níquel;
- Caracterização do NH_3 no complexo de níquel;
- Determinação do espectro de absorção do complexo de níquel preparado e cálculo do valor do 10 Dq;
- Determinação quantitativa do teor de Cu^{2+} no complexo de cobre;
- Caracterização do NH_3 no complexo de cobre;
- Estudo da curva termogravimétrica do complexo de cobre;
- Determinação da condutividade do complexo de cobalto preparado;
- Determinação do espectro de absorção do complexo de cobalto preparado e cálculo do valor do 10 Dq.

Dessa forma além do desenvolvimento de práticas experimentais que utilizam equipamentos de uso comum em laboratórios, foi possível caracterizar as propriedades dos complexos níquel, cobre e cobalto e relacionar as propriedades desses complexos com as teorias que os descrevem.

RESUMO

O estudo da química de coordenação, que relaciona a formação e reatividade dos complexos originados entre íons metálicos e os seus respectivos ligantes, tem grande importância no contexto da química inorgânica. É bem conhecido o fato de que substâncias, tais como água, amônia, íon cianeto, cloreto, iodeto, por exemplo, coordenam-se a íons metálicos, especialmente os elementos de transição para formarem complexos. O estudo das propriedades espectroscópicas de complexos contendo íons de elementos de transição tem sido largamente investigado na literatura devido às diversas possibilidades de aplicações. Nesta aula serão discutidos alguns métodos e técnicas frequentemente utilizados na caracterização de complexos de níquel, $[Ni(NH_3)_6]Cl_2$; cobre, $[Cu(NH_3)_4]SO_4.H_2O$ e cobalto, $[Co(NH_3)_6]Cl_3$. As principais técnicas de caracterização abordadas serão a espectroscopia nas regiões do visível e do ultravioleta e análise termogravimétrica. Ao final da aula você deverá ter assimilado os princípios básicos de operação e aplicação dessas técnicas, comuns de laboratório, para a identificação e caracterização dos complexos sintetizados.

AUTO-AVALIAÇÃO

1. Faça uma pesquisa bibliográfica e proponha as estruturas para os compostos sintetizados.
2. Escreva a equação química da reação de obtenção do composto sulfato de tetraamincobre (II) hidratado.
3. Escreva todas as reações envolvidas nos procedimentos de caracterização dos complexos.
4. Que massa do composto 1 é necessária para preparar 50 cm^3 de uma solução $1x10^{-3}$ M?
5. Que massa do composto 3 é necessária para preparar 50 cm^3 de uma solução $1x10^{-3}$ M?
6. Escrever as equações das seguintes reações que se passam na prática:
a) caracterização dos íons Ni^{2+} e Cu^{2+};
b) caracterização do Cl^- ;
c) caracterização de NH_3.
d) decomposição dos complexos de níquel (II) e cobre (II) pelo aquecimento;
7. Considerando que o $NiCl_2.6H_2O$ utilizado na reação de obtenção continha 15 % de impurezas, qual a massa de $[Ni(NH_3)_6]Cl_2$ que poderia ser obtido ?
8. Qual o rendimento prático do processo quando se obtém 1,0 g do composto $[Cu(NH_3)_4]SO_4.H_2O$?

9. Considerando que o $CoCl_2.6H_2O$ utilizado na reação de obtenção continha 10 % de impurezas, qual o peso máximo do $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$ que poderá ser obtido ?
10. Faça um resumo e suas respectivas discussões de todo o trabalho desta prática.

PRÓXIMA AULA

Estabilidade dos íons complexos e principais tipos de reações nos compostos de coordenação.

REFERÊNCIAS

BASOLO, F.; JOHNSON, R. **Coordination Chemistry**, Editorial Reverté, 1978.
COTTON, F. A.; WILKINSON, G.; **Química Inorgânica**. Rio de Janeiro: LTC, 1978.
SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W. **Química Inorgânica**. 3. ed., Porto Alegre: Bookman, 2003.
VOGEL, A. I. **Análise Inorgânica Quantitativa**. 4. ed., Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981.
FLACH, S. E. **Introdução a Química Inorgânica Experimental**. 2. ed, Florianópolis: Editora da UFSC, 1990.